

PHJE030393



Europäisches  
Patentamt

European  
Patent Office

Office européen  
des brevets

REC'D 22 NOV 2004

WIPO PCT RO/IB

Bescheinigung

Certificate

Attestation

Die angehefteten Unterla-  
gen stimmen mit der  
ursprünglich eingereichten  
Fassung der auf dem näch-  
sten Blatt bezeichneten  
europäischen Patentanmel-  
dung überein.

The attached documents  
are exact copies of the  
European patent application  
described on the following  
page, as originally filed.

Les documents fixés à  
cette attestation sont  
conformes à la version  
initialement déposée de  
la demande de brevet  
européen spécifiée à la  
page suivante.

Patentanmeldung Nr. Patent application No. Demande de brevet n°

03104258.3

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Der Präsident des Europäischen Patentamts;  
Im Auftrag

For the President of the European Patent Office

Le Président de l'Office européen des brevets  
p.o.

R C van Dijk



Anmeldung Nr:  
Application no.: 03104258.3  
Demande no:

Anmeldetag:  
Date of filing: 18.11.03  
Date de dépôt:

Anmelder/Applicant(s)/Demandeur(s):

Philips Intellectual Property & Standards  
GmbH  
Steindamm 94  
20099 Hamburg  
ALLEMAGNE  
Koninklijke Philips Electronics N.V.  
Groenewoudseweg 1  
5621 BA Eindhoven  
PAYS-BAS

Bezeichnung der Erfindung/Title of the invention/Titre de l'invention:  
(Falls die Bezeichnung der Erfindung nicht angegeben ist, siehe Beschreibung.  
If no title is shown please refer to the description.  
Si aucun titre n'est indiqué se référer à la description.)

Lichtemittierende Vorrichtung mit Iridiumkomplex

In Anspruch genommene Priorität(en) / Priority(ies) claimed / Priorité(s)  
revendiquée(s)  
Staat/Tag/Aktenzeichen/State/Date/File no./Pays/Date/Numéro de dépôt:

Internationale Patentklassifikation/International Patent Classification/  
Classification internationale des brevets:

C09K11/07

Am Anmeldetag benannte Vertragstaaten/Contracting states designated at date of  
filing/Etats contractants désignées lors du dépôt:

AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HU IE IT LU MC NL  
PT RO SE SI SK TR LI

BESCHREIBUNG

## Lichtemittierende Vorrichtung mit Iridiumkomplex

- Die Erfindung betrifft eine lichtemittierende Vorrichtung, zumindest ein Substrat, eine Anode, eine lichtemittierende Schicht und eine Kathode umfassend. Weiter betrifft die
- 5 Erfindung Iridiumkomplexe.

Elektronisch angesteuerte Anzeigesysteme sind in unterschiedlichen Ausführungsformen auf der Basis verschiedener Prinzipien bekannt und weit verbreitet.

- 10 Ein Prinzip verwendet organische lichtemittierende Dioden, sogenannte OLEDs, als Lichtquelle. Organische lichtemittierende Dioden sind aus mehreren Funktionsschichten aufgebaut. In „Philips Journal of Research, 1998, 51, 467“ ist ein typischer Aufbau einer OLED beschrieben. Ein typischer Aufbau umfasst eine Schicht ITO (Indium Tin Oxide) als transparente Elektrode (Anode), eine leitende Polymerschicht,
- 15 eine elektrolumineszierende Schicht, d. h. eine Schicht mit einem lichtemittierenden Material und eine Elektrode (Kathode) aus einem Metall, vorzugsweise ein Metall mit geringer Austrittsarbeit. Ein derartiger Aufbau ist üblicherweise auf einem Substrat, meist Glas, aufgebracht. Durch das Substrat erreicht das erzeugte Licht den Betrachter.
- 20 Als lichtemittierendes Material kann beispielsweise ein lichtemittierendes Polymer verwendet werden. Eine OLED mit einem lichtemittierenden Polymer in der elektrolumineszierenden Schicht wird auch als polyLED oder PLED bezeichnet.

- Eine OLED kann aber auch kleine lichtemittierende Moleküle als lichtemittierendes
- 25 Material in der elektrolumineszierenden Schicht enthalten. Eine OLED mit kleinen lichtemittierenden Molekülen in der elektrolumineszierenden Schicht wird auch als SMOLED (Small Molecule Organic Light Emitting Diode) bezeichnet. In dieser Ausführungsform sind die lichtemittierenden Materialien meist in eine Matrix aus einem Löcher- oder Elektronentransportierenden Material eingebettet.

In der elektrolumineszierenden Schicht treffen Löcher und Elektronen aufeinander und rekombinieren. Dadurch wird das lichtemittierende Material entweder direkt oder über Energietransfer angeregt. Unter Lichtemission kehrt das angeregte, lichtemittierende Material in den Grundzustand zurück.

5

Iridiumkomplexe eignen sich besonders gut als lichtemittierende Materialien. Durch Variation der Liganden in den Iridiumkomplexen lassen sich Farben von Blau-Grün bis Rot erzeugen.

- 10 Die Empfindlichkeit des menschlichen Auges ist am größten bei einer Wellenlänge von 555 nm (grünes Licht). Sowohl bei Strahlung mit größerer Wellenlänge (rot) als auch mit kürzerer Wellenlänge (blau) nimmt die Empfindlichkeit des Auges ab. Die Empfindlichkeit des Auges für rotes Licht (650 nm) beträgt nur ein Zehntel seiner Empfindlichkeit für grünes Licht (555 nm). Mit anderen Worten, um die gleiche
- 15 Beleuchtungsstärke zu erzielen, ist zehnmal soviel rotes Licht erforderlich wie grünes Licht.

- Zur Verwendung einer OLED als Quelle für weisses Licht ist es deshalb wünschenswert, Iridiumkomplexe zu verwenden, welche im orangen Spektralbereich
- 20 emittieren, da dort das menschliche Auge empfindlicher ist als im roten Spektralbereich.

Auch besteht ein ständiger Bedarf an neuen elektrolumineszierenden Verbindungen mit verbesserter Effizienz.

25

Es ist deshalb eine Aufgabe der Erfindung eine lichtemittierende Vorrichtung bereitzustellen, die in der lichtemittierenden Schicht einen verbesserten Iridiumkomplex enthält.

- 30 Diese Aufgabe wird gelöst durch eine lichtemittierende Vorrichtung, zumindest ein Substrat, eine Anode, eine lichtemittierende Schicht und eine Kathode umfassend,

wobei die lichtemittierende Schicht einen Iridiumkomplex  $\text{IrL}_3$  enthält und wenigstens zwei Liganden L ein Dibenzochinolin sind.

Dibenzochinoline sind große, starre Moleküle mit guten Komplexierungseigenschaften.

- 5 Ein Iridiumkomplex mit wenigstens zwei Dibenzochinolinen ist sehr stabil und eignet sich so für die Verwendung in der lichtemittierenden Schicht einer lichtemittierenden Vorrichtung.

Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen finden sich in den Unteransprüchen.

10

Desweiteren betrifft die Erfindung auch Iridiumkomplex  $\text{IrL}_3$ , bei dem wenigstens zwei Liganden L ein Dibenzochinolin sind. Die Erfindung betrifft insbesondere die Iridiumkomplexe  $\text{Ir}(\text{Dibenzo}[\text{f},\text{h}]\text{chinolin})_2(\text{Pentan-2,4-dionat})$  und  $\text{Ir}(\text{Dibenzo}[\text{f},\text{h}]\text{chinolin})_3$

15

Im folgenden soll die Erfindung anhand von einer Figur und fünf Ausführungsbeispielen erläutert werden. Dabei zeigt

Fig. 1 im Querschnitt eine lichtemittierende Vorrichtung,

Fig. 2 und Fig. 3 Lumineszenzspektren erfindungsgemäßer Iridiumkomplexe.

20

Eine lichtemittierende Vorrichtung weist ein Substrat 1 und darauf aufgebracht zumindest eine Anode 2, eine lichtemittierende Schicht 4 und eine Kathode 6 auf.

Zur Verbesserung der Effizienz einer lichtemittierenden Vorrichtung kann diese - wie in Fig. 1 gezeigt - zusätzlich zwischen Anode 2 und licht-emittierender Schicht 4 eine

- 25 Löcher-transportierende Schicht 3 sowie zwischen Kathode 6 und lichtemittierender Schicht 4 eine Elektronen-transportierende Schicht 5 aufweisen.

Das Substrat 1 ist vorzugsweise eine transparente Glasplatte oder eine transparente Plastikplatte. Die Plastikplatte kann beispielsweise Polyethylenterephthalat (PET)

- 30 enthalten. Die Anode 2 ist vorzugsweise transparent und kann beispielsweise p-dotiertes Silicium, indium-dotiertes Zinnoxid (ITO) oder antimon-dotiertes Zinnoxid

(ATO) enthalten. Bevorzugt enthält die Anode 2 ITO. Die Anode 2 ist nicht strukturiert, sondern als eine Fläche ausgeführt. Die Kathode 6 kann beispielsweise ein Metall wie Aluminium, Kupfer, Silber oder Gold, eine Legierung oder n-dotiertes Silicium enthalten. Es kann bevorzugt sein, dass die Kathode 6 zwei oder mehr  
5 leitfähige Schichten aufweist. Es kann insbesondere bevorzugt sein, dass die Kathode 6 eine erste Schicht aus einem Erdalkalimetall, wie beispielsweise Calcium oder Barium, oder einem Alkalimetallhalogenid, wie beispielsweise LiF, oder Lithiumbenzoat und eine zweite Schicht aus Aluminium enthält. Die Kathode 6 kann strukturiert sein und beispielsweise eine Vielzahl an parallelen Streifen aus dem leitfähigen Material bzw.  
10 aus den leitfähigen Materialien enthalten. Alternativ kann die Kathode 6 nicht strukturiert und als eine Fläche ausgeführt sein.

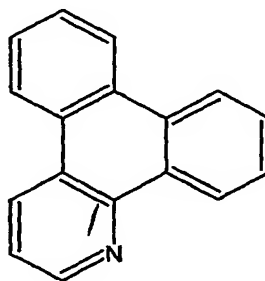
An die Anode 2 grenzt eine erste Löcher-transportierende Schicht 3, die die Injektion und den Transport der Löcher in die Vorrichtung erleichtert. Geeignete Materialien für  
15 die Löcher-transportierende Schicht 3 sind beispielsweise Triarylamine, Diarylamine, Trisilbenamine oder eine Mischung aus Polyethylenedioxythiophen (PDOT) und Poly(styrenesulfonat).

Zwischen Kathode 6 und lichtemittierender Schicht 4 ist eine elektronen-  
20 transportierenden Schicht 5, welche beispielsweise Tris-(8-hydroxy-chinolato)-aluminium ( $\text{Alq}_3$ ), 1,3,5-Tris-(1-phenyl-1H-benzimidazol-2-yl)benzol (TPBI) oder elektronenarme Heterocyclen wie 1,3,4-Oxadiazole oder 1,2,4-Triazole enthalten kann, angeordnet.

25 Die lichtemittierende Schicht 4 enthält einen oder mehr der neuen Iridiumkomplexe als lichtemittierendes Material.

Die erfindungsgemäßen Iridiumkomplexe  $\text{IrL}_3$  sind neutral und nicht-ionisch. Wenigstens zwei der drei Liganden L sind ein Dibenzochinolin. Alternativ sind alle  
30 drei Liganden L ein Dibenzochinolin. Die Liganden L sind vorzugsweise identische Dibenzochinoline. Sie können jedoch auch unterschiedlich sein.

- Dibenzochinoline sind Chinoline, an die jeweils zwei weitere Benzol-Ringe kondensiert sind. Geeignete Dibenzochinoline sind beispielsweise Dibenzo[f,h]chinolin (dbzq), Dibenzo[c,f]chinolin, Dibenzo[c,d,e]chinolin oder Dibenzo[f,g]chinolin. All diese
- 5 Dibenzochinoline sind große, starre und gut komplexierende Liganden. Bevorzugter Ligand ist aufgrund seiner Sterik Dibenzo[f,h]chinolin.

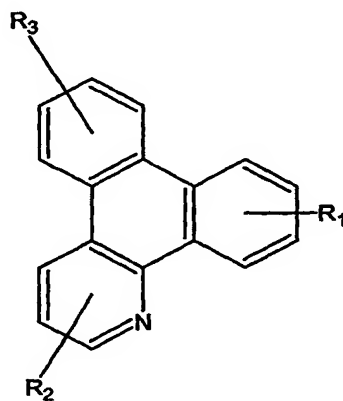


I

10

Die Dibenzochinoline können zusätzlich weitere Substituenten R aufweisen. So kann jeder Ring einen oder mehr Substituenten R aufweisen, welche die elektronischen Eigenschaften des Dibenzochinolins und somit auch des späteren Iridiumkomplexes beeinflussen.

15



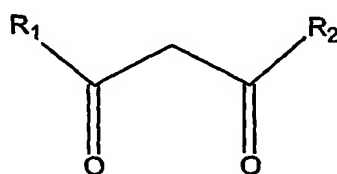
Ia

Die Substituenten R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, etc. können beispielsweise lineare oder verzweigte

- C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylgruppen, C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>-Alkenylgruppen, C<sub>3</sub>-C<sub>8</sub>-Cycloalkylgruppen,  
 C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkynylgruppen, Arylgruppen, Heteroarylgruppen,  
 C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Heterocycloalkylgruppen, Amine, Phosphate, Phosphingruppen,  
 Phosphinoxidgruppen, Halogene, Sulfatgruppen, Sulfonatgruppen, Sulfongruppen,  
 5 Carboxylate, C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>-Alkoxygruppen, Phosphatgruppen etc. enthalten. Die Substituenten  
 R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, etc. können gleich oder verschieden sein.

Enthält der Iridiumkomplex zwei Dibenzochinoline als Liganden L ist der dritte Ligand  
 L vorzugsweise das Anion eines 1,3-Diketon-Derivat:

10



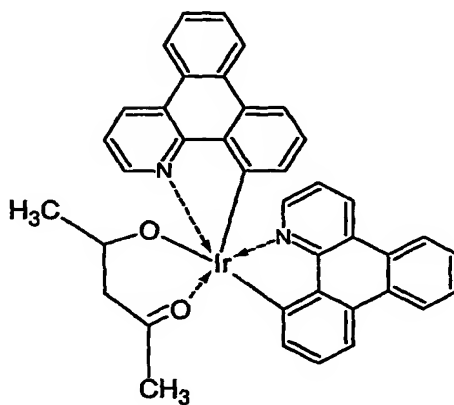
II

- Die Substituenten R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> können beispielsweise lineare oder verzweigte  
 15 C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylgruppen, C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>-Alkenylgruppen, C<sub>3</sub>-C<sub>8</sub>-Cycloalkylgruppen,  
 C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkynylgruppen, Arylgruppen, Heteroarylgruppen,  
 C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Heterocycloalkylgruppen, Amine, Phosphate, Phosphingruppen,  
 Phosphinoxidgruppen, Halogene, Sulfatgruppen, Sulfonatgruppen, Sulfongruppen,  
 Carboxylate, C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>-Alkoxygruppen, Phosphatgruppen etc. enthalten. Die Substituenten  
 20 R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub>, können gleich oder verschieden sein.

- Vorzugsweise ist der dritte Ligand L ausgewählt aus der Gruppe Pentan-2,4-dionat  
 (acac), 2,2,6,6-Tetramethyl-3,5-heptandionat (thd), 7,7-Dimethyl-1,1,1,2,2,3,3-  
 heptafluor-4,6-octandionat (fod), 1,1,1,5,5,5-Hexafluorpentan-2,4-dionat (hfa), 4,4,4-  
 25 Trifluoro-1-(2-thienyl)butan-1,3-dionat (ttfa), 1,3 Diphenylpropan-1,3-dionat (dbm),  
 4,4,4-Trifluor-1-(2-naphthyl)butan-1,3-dionat (tfnb) und 4,4,4-Trifluor-1-(1-  
 naphthyl)butan-1,3-dionat. Dies sind alles bekannte und gut komplexierende Liganden.  
 Ganz bevorzugter Ligand ist Pentan-2,4-dionat (acac).

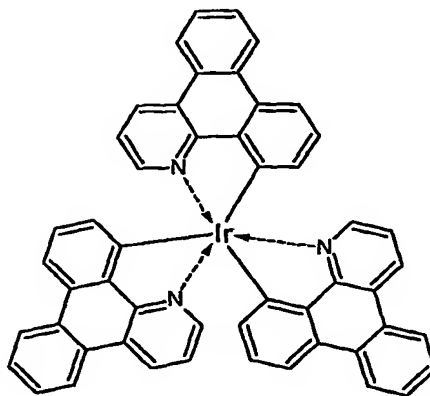


Ein bevorzugter Iridiumkomplexe ist  $\text{Ir}(\text{Dibenzo}[\text{f},\text{h}]\text{chinolin})_2(\text{Pentan-2,4-dionat})$ .



III

Ein weiterer bevorzugter Iridiumkomplex ist  $\text{Ir}(\text{Dibenzo}[\text{f},\text{h}]\text{chinolin})_3$ .



IV

Beide Komplexe emittieren Licht mit einer Wellenlänge  $\lambda < 600 \text{ nm}$ . Der Komplex IV emittiert Licht mit einer Wellenlänge  $\lambda_{\text{max}}$  von 595 nm (in Methyl-THF) während der Komplex III Licht mit einer Wellenlänge  $\lambda_{\text{max}}$  von 545 nm (in Methyl-THF).

Da – wie oben ausgeführt – die Empfindlichkeit des menschlichen Auges am größten bei einer Wellenlänge von 555 nm ist, weisen lichtemittierende Vorrichtung mit dem Komplex III und/oder dem Komplex IV in der lichtemittierenden Schicht 4 eine günstige Energieeffizienz auf.

5

Überraschend ist, dass durch einfache Variation eines Liganden, beispielsweise dem Austausch eines Dibenzo[f,h]chinolins gegen Pentan-2,4-dionat, eine Verschiebung der Emissionswellenlänge  $\lambda_{\max}$  von 50 nm erreicht wird.

- 10 Ferner ist vorteilhaft, dass die Komplexe III und IV aufgrund der strukturellen Ähnlichkeit auch ähnliche physikalische Eigenschaften haben und so die Herstellung und der Betrieb einer lichtemittierenden Vorrichtung, die zwei oder mehr erfindungsgemäße Iridiumkomplexe in der lichtemittierenden Schicht 4 enthält, einfacher ist. Auch unerwünschte chemische Wechselwirkungen zwischen zwei
- 15 verschiedenen Komplexen wie beispielsweise Ligandenaustauschreaktionen spielen hier keine Rolle. Dies ist insbesondere für die Herstellung von weisses Licht emittierenden lichtemittierenden Vorrichtungen von Vorteil, da dort die lichtemittierende Schicht 4 mehrere, beispielsweise in den drei Grundfarben emittierende, lichtemittierende Materialien enthält.

20

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Komplexe mit drei Dibenzochinolinolen als Liganden L wird ein Iridiumsalz, beispielsweise  $\text{IrCl}_3$  oder  $\text{Ir}(\text{acac})_3$  in einem geeignetem Lösungsmittel mit dem entsprechenden Dibenzochinolin umgesetzt.

- 25 Die Synthese von  $\text{Ir}(\text{dbzq})_3$  führte bei allen Synthesewegen zu einem *fac/mer*-Isomeren-Gemisch. Die Präfixe *fac*- und *mer*- geben in oktaedrischen Koordinationsverbindungen mit verschiedenen Liganden die unmittelbare räumliche Nachbarschaft von drei gleichen Liganden an.

- 30 Im vorliegenden Fall weisen die Komplexe mit drei identischen Dibenzochinolinolen als Liganden L zwar drei gleiche Liganden auf, jedoch weist jedes Dibenzochinolin zwei

- unterschiedliche Koordinationsstellen auf: Einmal koordiniert ein Dibenzochinolin über den Stickstoff an das Iridium(III)-Kation und ferner wird eine kovalente Bindung zwischen einem C-Atom eines der aromatischen Ringe mit dem Ir(III)-Kation ausgebildet. Dies bedeutet im Umkehrschluss, dass nur Dibenzochinoline als Liganden eingesetzt werden können, die eine N-Ir- und eine C-Ir-Bindung ausbilden können.

*fac/mer*-Isomerie liegt in diesen Komplexen bezüglich der Nachbarschaft von drei gleichen Koordinationsstellen vor.

- Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Komplexe mit zwei Dibenzochinolin-Liganden L wird zunächst ausgehend von  $\text{IrCl}_3$  das Dichlorverbrückte Dimer  $(\text{Dibenzochinolin})_2\text{Ir}(\mu\text{-Cl})_2(\text{Dibenzochinolin})_2$  hergestellt. Das Dichlorverbrückte Dimer  $(\text{Dibenzochinolin})_2\text{Ir}(\mu\text{-Cl})_2(\text{Dibenzochinolin})_2$  wird anschließend mit dem dritten Liganden, beispielsweise einem 1,3-Diketon-Derivat wie Pentan-2,4-dion in Gegenwart einer Base, zum gewünschten Iridiumkomplex umgesetzt.

- Mittels Vakuumabscheidung werden dünne Filme der erfindungsgemäßen Iridiumkomplexe erhalten, welche gute elektrolumineszierende Eigenschaften aufweisen. Durch Variation der Liganden L oder der Substituenten R in den Dibenzochinolin-Liganden können die elektrolumineszenten Eigenschaften der lichtemittierenden Materialien fein abgestimmt werden.

- Die Iridiumkomplexe können alleine (100 Gew.-% bezogen auf das Gesamtgewicht der lichtemittierenden Schicht 4) oder eingebettet in eine Matrix aus einem Löcher- oder Elektronen-transportierenden Material in der lichtemittierenden Schicht 4 eingesetzt werden. Vorzugsweise beträgt die Menge an Iridiumkomplex > 10 Gew.-% (bezogen auf das Gesamtgewicht der lichtemittierenden Schicht 4). Die Wahl des Matrixmaterials richtet sich nach den Anforderungen des Iridiumkomplexes. Beispielsweise kann die Matrix 4,4',4''-Tri(*N*-carbazolyl)triphenylamin (TCTA), 2,9-Dimethyl-4,7-diphenyl-1,10-phenanthrolin (BCP) oder 1,3,5-Tris-(1-phenyl-1H-benzimidazol-2-yl)benzol (TPBI) enthalten.

Die folgenden Ausführungsbeispiele sind beispielhaft und sollen die Erfindung illustrieren, aber nicht limitieren.

5

#### Ausführungsbeispiel 1

Synthese des Dichlor-verbrückten Dimers  $(\text{dbzq})_2\text{Ir}(\mu\text{-Cl})_2(\text{dbzq})_2$

250 mg  $\text{IrCl}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$  und 407 mg Dibenzo[f,h]chinolin (dbzq) wurden in einer  
10 Mischung aus 2-Ethoxyethanol (20 ml) und Wasser (7 ml) gelöst und für 24 h unter Rückfluss erhitzt. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur wurde der erhaltene, gelbe Niederschlag abzentrifugiert, mit Ethanol (60 ml) und Aceton (60 ml) gewaschen und getrocknet.

15 Es wurden 370 mg (77 %) des Dichlor-verbrückten Dimers als gelbes Pulver erhalten.

#### Ausführungsbeispiel 2

Synthese von  $\text{Ir}(\text{dbzq})_2(\text{acac})$  ausgehend von  $(\text{dbzq})_2\text{Ir}(\mu\text{-Cl})_2(\text{dbzq})_2$

20

$(\text{dbzq})_2\text{Ir}(\mu\text{-Cl})_2(\text{dbzq})_2$  wurde mit 2.5 Äquivalenten Acetylacetonat und 400 mg Natriumcarbonat in 2-Ethoxyethanol für 20 h unter Rückfluss erhitzt. Der erhaltene orange-farbende Niederschlag wurde abzentrifugiert und mit Wasser, *n*-Hexan, Diethylether und Ethanol gewaschen. Die Ausbeute an Rohprodukt betrug zwischen 70  
25 und 75 %.

Das Rohprodukt wurde mittels Säulenchromatografie an Silicagel ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2/n$ -Hexan/Diethylether) gereinigt.

30  $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta = 1.80$  (s, 6 H, 2  $\text{CH}_3$ ), 5.29 (s, 1 H, CH), 6.33 (d,  $J = 7.3$  Hz, 2 H, CH arom.), 6.97 (t, 2 H, CH arom.), 7.61 (dd,  $J = 7.7$  Hz,  $J = 5.4$  Hz, 2 H, CH arom.),

7.66 bis 7.72 (m, 4 H, CH arom.), 7.86 (d,  $J = 8.0$  Hz, 2 H, CH arom.), 8.56 bis 8.60 (m, 2 H, CH arom.), 8.64 bis 8.67 (m, 2 H, CH arom.), 8.87 bis 8.91 (m, 4 H, CH arom.).

Der erhaltene Komplex  $\text{Ir}(\text{dbzq})_2(\text{acac})$  emittiert Licht bei einer Wellenlänge  $\lambda_{\text{max}}$  von  
5 545 nm (in Methyl-THF). Das Emissionsspektrum ist in Fig. 2 gezeigt.

### Ausführungsbeispiel 3

#### Synthese von $\text{Ir}(\text{dbzq})_3$

10

Zu 5 ml entgastem Ethylenglykol wurden 53 mg Iridium(III)acetylacetonat und 250 mg Dibenzo[f,h]chinolin gegeben. Die erhaltene Suspension wurde 60 h unter Rückfluss erhitzt. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur wurde die Reaktionsmischung in 10 ml 1N HCl gegeben. Nach 5 Minuten Rühren wurde der orange-farbene, kristalline  
15 Niederschlag abfiltriert, mit 5 ml 1N HCl und Wasser gewaschen und getrocknet.

Das Produkt wurde in Dichlormethan gelöst, über Silicagel filtriert und getrocknet.

Das  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum zeigte, dass das Produkt *mer*- und *fac*-Isomere des Komplexes  
20 enthält, wobei der Anteil an *mer*-Isomer größer ist.

Die Mischung aus *fac/mer*-Isomeren des Komplexes  $\text{Ir}(\text{dbzq})_3$  emittiert Licht bei einer Wellenlänge  $\lambda_{\text{max}}$  von 595 nm (in Methyl-THF). Das Emissionsspektrum ist in Fig. 3  
gezeigt.

25

### Ausführungsbeispiel 4

#### Synthese von $\text{Ir}(\text{dbzq})_3$ ausgehend von $\text{Ir}(\text{dbzq})_2(\text{acac})$

30 In 5 ml Glycerin wurden 258 mg  $\text{Ir}(\text{dbzq})_2(\text{acac})$  und 119 mg Dibenzo[f,h]chinolin für 24 h bei 220 °C erhitzt. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur wurde die

Reaktionsmischung mit Wasser verdünnt und der Niederschlag abzentrifugiert. Nach mehrmaligem Waschens mit Methanol wurde der Niederschlag im Vakuum getrocknet.

- Auch dieses  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum zeigte, dass das Produkt *mer*- und *fac*-Isomere des
- 5 Komplexes enthält, wobei der Anteil an *mer*-Isomer größer ist.

#### Ausführungsbeispiel 5

- Auf einem transparenten Substrat 1 aus Glas wurde eine 150 nm dicke Schicht aus ITO
- 10 aufgebracht, welche als Anode 2 fungierte. Auf die Anode 2 wurde eine 30 nm dicke Schicht aus  $\alpha$ -NPD als Löcher-transportierende Schicht 3 mittels Spincoating aufgebracht. Auf die Löcher-transportierende Schicht 3 wurde eine lichtemittierende Schicht 4 aus  $\text{Ir}(\text{dbzq})_2(\text{acac})$  eingebettet in TCTA aufgebracht. Die Schichtdicke der lichtemittierenden Schicht 4 betrug 30 nm. Auf die lichtemittierende Schicht 4 wurde
- 15 eine 40 nm dicke Schicht aus TPBI als Elektronen-transportierende Schicht 5 aufgebracht. Auf die Elektronen-transportierende Schicht 5 wurde eine 151.5 nm dicke Kathode 6 aus einer 1 nm dicken ersten Schicht aus Lithiumbenzoat und einer 150 nm dicken zweiten Schicht aus Aluminium aufgebracht.

PATENTANSPRÜCHE

1. Lichtemittierende Vorrichtung, zumindest ein Substrat (1), eine Anode (2), eine lichtemittierende Schicht (4) und eine Kathode (6) umfassend, wobei die lichtemittierende Schicht (4) einen Iridiumkomplex  $\text{IrL}_3$  enthält und wenigstens zwei Liganden L ein Dibenzochinolin sind.

5

2. Lichtemittierende Vorrichtung nach Anspruch 1,  
dadurch gekennzeichnet,

dass zwei Liganden L ein Dibenzochinolin sind und ein Ligand L ausgewählt ist aus der Gruppe Pentan-2,4-dionat (acac), 2,2,6,6-Tetramethyl-3,5-heptandionat (thd), 7,7-

10 Dimethyl-1,1,1,2,2,3,3-heptafluor-4,6-octandionat (fod), 1,1,1,5,5,5-Hexafluorpentan-2,4-dionat (hfa), 4,4,4-Trifluor-1-(2-thienyl)butan-1,3-dionat (ttfa), 1,3-Diphenylpropan-1,3-dionat (dbm), 4,4,4-Trifluor-1-(2-naphthyl)butan-1,3-dionat (tfnb) und 4,4,4-Trifluor-1-(1-naphthyl)butan-1,3-dionat.

15 3. Lichtemittierende Vorrichtung nach Anspruch 1,  
dadurch gekennzeichnet,

dass alle Liganden L ein Dibenzochinolin sind.

4. Lichtemittierende Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3,

20 dadurch gekennzeichnet,

dass das Dibenzochinolin Dibenzo[f,h]chinolin ist.

5. Lichtemittierende Vorrichtung nach Anspruch 2,

dadurch gekennzeichnet,

dass zwei Liganden L Dibenzo[f,h]chinolin sind und ein Ligand L Pentan-2,4-dion (acac) ist.

5

6. Lichtemittierende Vorrichtung nach Anspruch 1,

dadurch gekennzeichnet,

dass die lichtemittierende Schicht (4) weitere lichtemittierende Materialien enthält.

10 7. Lichtemittierende Vorrichtung nach Anspruch 7,

dadurch gekennzeichnet,

dass das weitere lichtemittierende Material ein weiterer Iridiumkomplex ist.

8. Iridiumkomplex  $\text{IrL}_3$ , bei dem wenigstens zwei Liganden L ein Dibenzochinolin

15 sind.

9.  $\text{Ir}(\text{Dibenzo[f,h]chinolin})_2(\text{Pentan-2,4-dionat})$

10.  $\text{Ir}(\text{Dibenzo[f,h]chinolin})_3$

20



ZUSAMMENFASSUNG**Lichtemittierende Vorrichtung mit Iridiumkomplex**

Die Erfindung betrifft eine lichtemittierende Vorrichtung, zumindest ein Substrat, eine Anode, eine lichtemittierende Schicht und eine Kathode umfassend, wobei die

- 5 lichtemittierende Schicht einen Iridiumkomplex  $\text{IrL}_3$  enthält und wenigstens zwei Liganden L ein Dibenzochinolin sind.

Insbesondere betrifft die Erfindung die Komplexe  $\text{Ir}(\text{Dibenzo}[\text{f,h}]\text{chinolin})_2(\text{Pentan-2,4-dionat})$  und  $\text{Ir}(\text{Dibenzo}[\text{f,h}]\text{chinolin})_3$ , welche Licht der Wellenlänge  $\lambda_{\text{max}} = 545 \text{ nm}$

- 10 bzw.  $\lambda_{\text{max}} = 595 \text{ nm}$  emittieren.

1/2

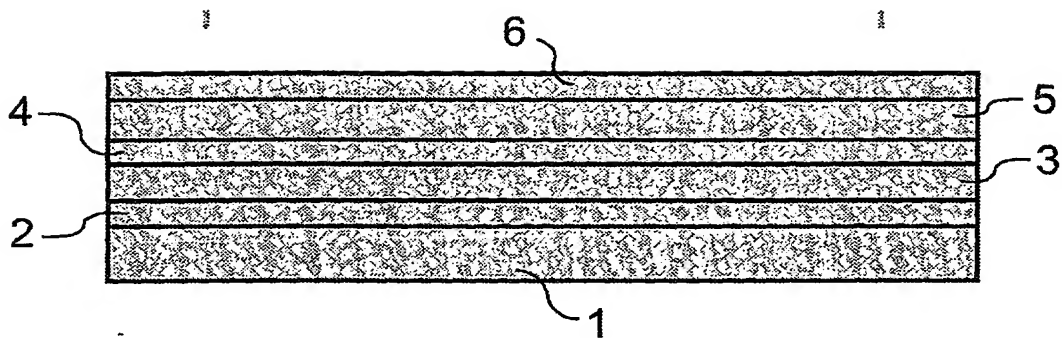


FIG. 1

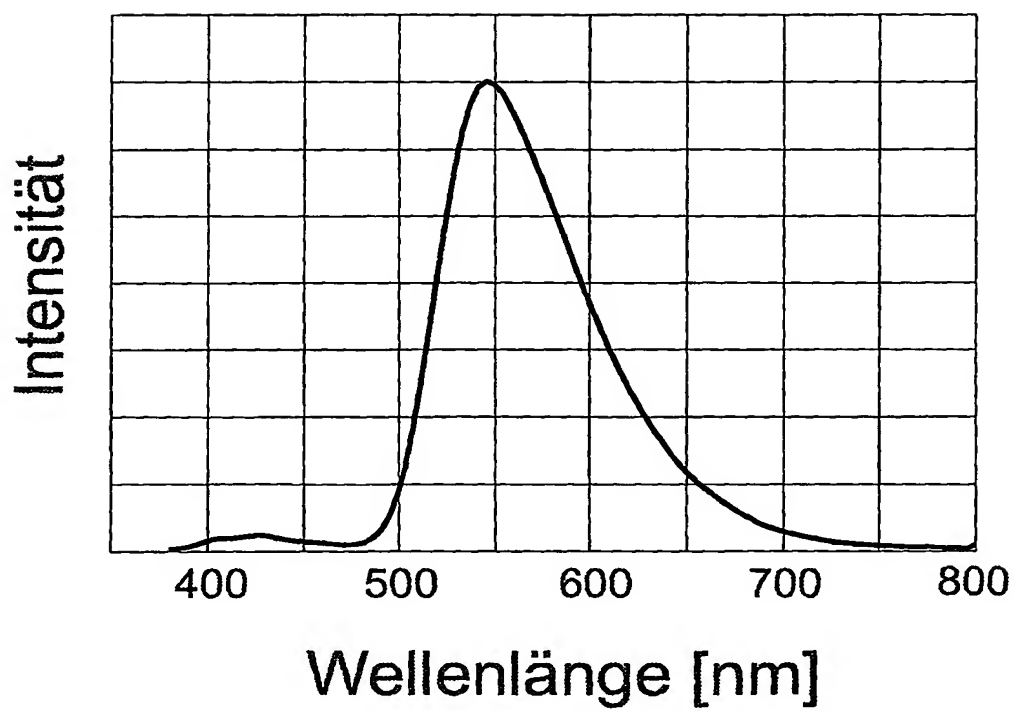


FIG. 2

2/2

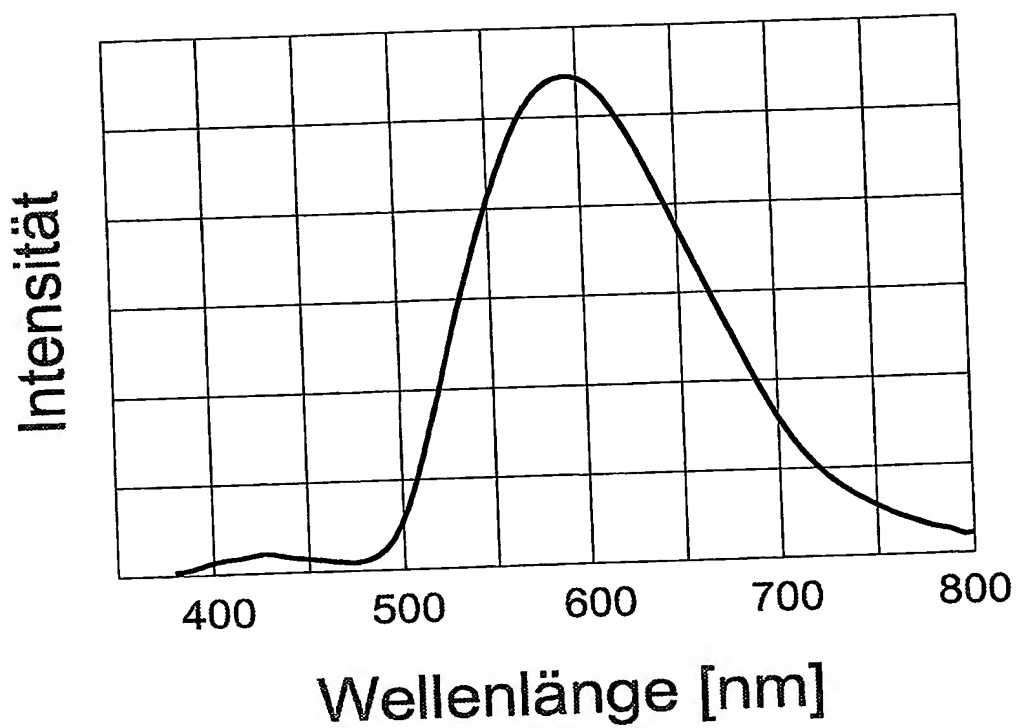


FIG. 3